# H PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 Date of Application:

4月28日 2003年

番 願 Application Number: 特願2003-123266

[ST. 10/C]:

[JP2003-123266]

人 出 Applicant(s):

カネボウ株式会社 信越化学工業株式会社 REC'D 0 3 JUN 2004

**PCT WIPO** 

BEST AVAILABLE COPY

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

特許庁長官 Commissioner, Japan Patent Office

4月19日 2004年



【書類名】

特許願

【整理番号】

P2003-0075

【あて先】

特許庁長官 殿

【国際特許分類】

A61K 7/00

【発明者】

【住所又は居所】

神奈川県小田原市寿町5丁目3番28号 カネボウ株式

会社 化粧品研究所内

【氏名】

黒田 章裕

【発明者】

【住所又は居所】

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10 信越化学工

業株式会社 シリコーン電子材料技術研究所内

【氏名】

作田 晃司

【特許出願人】

【代表出願人】

【識別番号】

000000952

【氏名又は名称】 カネボウ株式会社

【代表者】

帆足 隆

【電話番号】

03-5446-3575

【特許出願人】

【識別番号】

000002060

【氏名又は名称】 信越化学工業株式会社

【代表者】

金川 千尋

【電話番号】

03-3217-1462

【手数料の表示】

【予納台帳番号】

010205

【納付金額】

21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】

明細書 1

【物件名】

要約書 1 【プルーフの要否】

要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 化粧料

### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記化学式(1)で示される揮発性シリコーンを含む溶媒中で着色顔料を分散させた、複数の分散液からなる群より選ばれる1種又は2種以上を配合することを特徴とする化粧料。

[(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>Si0]<sub>4</sub>Si

(1)

【請求項2】 分散が、湿式媒体型粉砕機を用いて行われたものであることを特徴とする、請求項1に記載の化粧料。

【請求項3】 着色顔料が、タール色素又はそのレーキ、天然色素からなる群より選ばれる1種以上であることを特徴とする、請求項1又は2に記載の化粧料。

【請求項4】 着色顔料が、表面処理されたものであることを特徴とする、 請求項 $1\sim3$ のいずれか1項に記載の化粧料。

【請求項 5 】 表面処理が $N \circ -$ ラウロイルーL -リジン、アルキルシランによる表面処理であることを特徴とする請求項 4 に記載の化粧料。

## 【発明の詳細な説明】

[0001]

## 【発明の属する技術分野】

本発明は、彩度が高く、鮮やかな色味を有することを特徴とする化粧料に関する。さらに詳しくは、顔料の分散性に優れた下記化学式(1)で示される揮発性シリコーン含む溶媒中で着色顔料を高分散させた分散液を配合することにより、より彩度が高く、鮮やかな色味を有することを特徴とする化粧料に関する。

[(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>Si0]<sub>4</sub>Si

(1)

[0002]

### 【従来の技術】

従来、エステル油や環状シリコーン中で着色顔料を分散させて化粧料に配合することが行われている。特にカラーベース方式と言われる、色ごとに顔料の分散ペーストを作成しておき、この組み合わせにより製品の色を合わせることが行わ

れている。この方法のメリットは、カラーベースの色の安定性が高いため、色合 わせが比較的容易にできることである。

#### [0003]

## 【発明が解決しようとする課題】

しかしながらエステル油は、分散力を強くすると、分散の機械的エネルギーにより劣化が生じ、においや変色などといった問題を引き起こす場合がある。一方、環状シリコーンは機械的な力に対して安定であるため、分散溶媒として多用されているが、トルエン中などで粉砕する場合と比べて、その分散効率は悪く、顔料の粉砕が行いにくい問題がある。

#### [0004]

### 【課題を解決するための手段】

本発明人らは、これらの問題について鋭意研究を行った結果、揮発性溶媒として、下記化学式(1)で示される揮発性シリコーンを用いた場合、機械的粉砕に安定で変質せず、かつ着色顔料の分散効率も高く、分散溶媒として適していることを見出した。そこで各種の着色顔料を分散して化粧料に配合したところ、得られる化粧料は彩度が高く、鮮やかな色味を有することを見出し、本発明を完成させた。

[(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>Si0]<sub>4</sub>Si

(1)

### [0005]

すなわち、本発明は、下記化学式(1)で示される揮発性シリコーンを含む溶媒中で着色顔料を分散させた、複数の分散液からなる群より選ばれる1種又は2種以上を配合することを特徴とする化粧料にある。

[(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>Si0]<sub>4</sub>Si

(1)

### [0006]

第2の本発明は、分散が湿式媒体型粉砕機を用いて行われたものであることを 特徴とする、上記の化粧料にある。

#### [0007]

第3の本発明は、着色顔料がタール色素及びそのレーキ、天然色素から選ばれることを特徴とする、上記の化粧料にある。

### [0008]

第4の本発明は、着色顔料が表面処理されたものであることを特徴とする、上 記の化粧料にある。

#### [0009]

第5の本発明は、表面処理が $N \in -$ ラウロイルーL-リジン、アルキルシランによる表面処理であることを特徴とする、上記の化粧料にある。

#### [0010]

## 【発明の実施の形態】

本発明の化粧料では下記化学式(1)で示される揮発性シリコーン(化学名te trakis(trimethylsiloxy)silane、以後M4Qと略称する。)を分散溶媒として使用する。

# [(CH3)3Si0]4Si

(1)

M4Qは不活性で安定な揮発性溶媒であり、安全性に優れている他、機械的な分散(メカノケミカル)に対する安定性に優れている。また、環状シリコーンとの構造状の違いにより、肌に対してドライフィール(乾燥感)を感じさせない特徴も持つ。M4Qは、常圧での沸点が222℃であり、常温における粘度が3.1mm2/sのスペックを持つ。この揮発性シリコーンの製造方法としては公知の方法が挙げられる。例えば、テトラクロロシランとトリメチルクロロシランを共加水分解することによって得ることができる。その場合のモル比はテトラクロロシラン1モルに対して少なくとも4モルのトリメチルクロロシランが必要である。

#### [0011]

また、M4Qはヘキサメチルジシロキサンとテトラアルコキシシランを酸性触媒下に加水分解することによっても得ることができる。テトラアルコキシシランとしては、テトラメトキシシラン、テトラエトキシシラン、テトラプロポキシシラン、テトラブトキシシランが挙げられるが反応性の観点からテトラメトキシシランがより好ましい。また、酸性触媒としては、硫酸、メタンスルホン酸、トリフロロメタンスルホン酸、イオン交換樹脂が挙げられ、メタノール、エタノール、イソプロピルアルコール等のアルコール化合物を溶媒として反応を行うことが

好ましい。モル比はテトラアルコキシシラン1モルに対して少なくとも2モルの ヘキサメチルジシロキサンが必要である。

#### [0012]

M4Qの具体的合成例を以下に示す。

- ①テトラメトキシシラン152g、ヘキサメチルジシロキサン432g及びメタノール88gを反応器に仕込む。
- ②反応器を氷冷して、濃硫酸12gを添加して攪拌を行う。
- ③水43.2gとメタノール43.2gの混合物を滴下して加水分解を行う。
- ④滴下終了後、30分熟成を行った後、水洗を行い触媒及びメタノールを除去する。
- ⑤無水硫酸ナトリウムを添加して乾燥後、蒸留を行うことによって下記化1の構造を有する本願発明の揮発性シリコーンM4Qを得る。

[0013]

#### 【化1】

[0014]

収量、収率、物性は以下の通りである。

[収量] 265g

[収率] 69%

[物性]

外観;無色透明な液体

沸点;74~74.5℃/0.5kPa、222℃/常圧

粘度 (25℃);3.1mm<sup>2</sup>/s

比重(25℃);0.864

屈折率 (25℃);1.387

凝固点; -70℃以下

#### [0015]

本発明で用いる着色顔料としては、化粧品で用いられるものであれば使用可能 である。また、その形状(球状、棒状、針状、板状、不定形状、鱗片状、紡錘状 等) や粒子径(煙霧状、微粒子、顔料級等)、粒子構造(多孔質、無孔質等)を 問わず、いずれのものも使用することができる。着色顔料の例としては、例えば 酸化鉄、水酸化鉄、チタン酸鉄の無機赤色顔料、γー酸化鉄等の無機褐色系顔料 、黄酸化鉄、黄土等の無機黄色系顔料、黒酸化鉄、低次酸化チタン、カーボンブ ラック等の無機黒色顔料、マンガンバイオレット、コバルトバイオレット等の無 機紫色顔料、水酸化クロム、酸化クロム、酸化コバルト、チタン酸コバルト等の 無機緑色顔料、紺青、群青等の無機青色系顔料、タール系色素をレーキ化したも の、天然色素をレーキ化したもの、及びこれらの粉体を複合化した合成樹脂粉体 等が挙げられる。タール色素の具体例としては、赤色3号、赤色104号、赤色 106号、赤色201号、赤色202号、赤色204号、赤色205号、赤色2 20号、赤色226号、赤色227号、赤色228号、赤色230号、赤色40 1号、赤色505号、黄色4号、黄色5号、黄色202号、黄色203号、黄色 204号、黄色401号、青色1号、青色2号、青色201号、青色404号、 緑色3号、緑色201号、緑色204号、緑色205号、橙色201号、橙色2 03号、橙色204号、橙色206号、橙色207号等が挙げられ、天然色素と しては、カルミン酸、ラッカイン酸、カルサミン、ブラジリン、クロシン等から 選ばれる顔料が挙げられる。本発明では、特に着色顔料がタール色素及びそのレ ーキ、天然色素から選ばれることが好ましい。

## [0016]

これらの着色顔料は例えばフッ素化合物処理(パーフルオロアルキルリン酸エステル処理やパーフルオロアルキルシラン処理、パーフルオロポリエーテル処理

、フルオロシリコーン処理、フッ素化シリコーン樹脂処理が好ましい)、シリコーン処理(メチルハイドロジェンポリシロキサン処理、気相法テトラメチルテトラハイドロジェンシクロテトラシロキサン処理が好ましい)、シリコーン樹脂処理(トリメチルシロキシケイ酸処理が好ましい)、ペンダント処理(気相法シリコーン処理後にアルキル鎖などを付加する方法)、シランカップリング剤処理、チタンカップリング剤処理、シラン処理(アルキルシランやアルキルシラザン処理が好ましい)、油剤処理、Nーアシル化リジン処理、ポリアクリル酸処理、金属石鹸処理(ステアリン酸やミリスチン酸塩が好ましい)、アクリル樹脂処理、金属酸化物処理、寒天処理、デオキシリボ核酸処理などで表面処理されていることが好ましく、さらに好ましくは、これらの処理を複数組み合わせて用いることが好ましく、さらに好ましくは、これらの処理を複数組み合わせて用いることが好ましい。本発明では特にM4Qによる分散特性に優れる表面処理として、NェーラウロイルーLーリジン処理、アルキルシラン処理が好ましく挙げられ、特に生産性、コストパフォーマンスに優れるNェーラウロイルーLーリジン処理、アルキルシラン処理が好ましい

#### [0017]

本発明の化粧料では、M4Qを含む溶媒にて上記着色顔料を分散させた分散液を作成し用いる。分散液は顔料ごとに作製したほうが分散液の安定性が高く、また、複数の分散液を適宜組み合わせて望みの色に調色することが容易であるため好ましい。分散液中のM4Qの配合量は、分散液の質量に対して20~90質量%の範囲であることが好ましい。また、着色顔料の分散性を向上させるために、界面活性剤を併用することが好ましく、特にM4Qと類似構造を持つシリコーン系界面活性剤を用いることが好ましい。シリコーン系界面活性剤としては例えばジメチルシロキサン鎖に対して、ポリオキシアルキレン基、部分的に置換されていてもよい炭素数2~30のアルキル基、アルコール性水酸基、フェニル基、グリセリル基、ポリグリセリル基、糖変性基、オキサゾリン基、パーフルオロポリエーテル等からなる群より選ばれる少なくとも1種の変性基を有し、且つ、ポリオキシアルキレン基、グリセリル基、ポリグリセリル基、糖変性基、パーフルオロポリエーテル等からなる群より選ばれる少なくとも1種の変性基を有し、且つ、ポリオキシアルキレン基、グリセリル基、ポリグリセリル基、糖変性基、パーフルオロポリエーテル基、アルコール性水酸基等の親水基を必須構成単位とする変性基

を、ペンダント基、末端基、又はブロック単位として有しているものが挙げられ る。例えば、ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン(別名:ポリオキシアル キレン変性シリコーン、ポリエーテル変性シリコーン、又はポリエーテル変性シ ロキサン)、アルキル・ポリオキシアルキレン共変性シリコーン(別名;ポリエ ーテルアルキル共変性シロキサン)、フッ素化ジメチコノール、パーフルオロア ルキル・ポリオキシアルキレン共変性シリコーン、パーフルオロアルコキシ・ポ リオキシアルキレン共変性シリコーン、グリセリル変性シリコーン、ポリグリセ リル変性シリコーン、パーフルオロアルキル・ポリグリセリル共変性シリコーン 、グリコシル変性シリコーン等が挙げられる。上記のポリエーテル変性オルガノ ポリシロキサンの例としては、信越化学工業社製のKF6012、KF6015 、KF6017、KF6026、FPD6131等が挙げられる。また、他の分 散剤の例としては、ソルビタン脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル、ポ リグリセリン脂肪酸エステル、プロピレングリコール脂肪酸エステル、ポリエチ レングリコール脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンア ルキルエーテル、ポリオキシプロピレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレン アルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ポリオキシエ チレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸エス テル、ポリオキシエチレングリセリン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンプロ ピレングリコール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンヒマシ油、ポリオキシエ チレン硬化ヒマシ油、ポリオキシエチレンフィトスタノールエーテル、ポリオキ シエチレンフィトステロールエーテル、ポリオキシエチレンコレスタノールエー テル、ポリオキシエチレンコレステリルエーテル、アルカノールアミド、糖エー テル、糖アミド等のノニオン系界面活性剤が好ましく用いられる。これらの界面 活性剤は、分散液の質量に対して0.1~20質量%の範囲で配合することが好 ましく、特に好ましくは0.5~15質量%の範囲が挙げられる。

### [0018]

本発明で用いる分散液は、上記の各成分を粉砕機を用いて分散させる。分散方法としては、ビーズミルやマイクロス(奈良機械製作所製)などの湿式媒体型粉砕機、ロールミル、ジェットミル、超音波粉砕機、アルティマイザーシステム(

スギノマシン社製)などの高圧衝突式粉砕機、ディスパー、高速ホモジナイザー、ホモジナイザーなどの方法が挙げられる。このうち、湿式媒体型粉砕機を用いると、粉砕の程度が高く、かつ分散液として安定なものが得られ、生産性にも優れることから好ましい。また、湿式媒体型粉砕機は縦型であっても横型であっても構わず、連続式であってもバッチ式であっても構わない。これらの装置を用い、M4Qと顔料と場合により分散剤、油剤を混合し、粉砕を行う。粉砕条件としては、個々の装置の能力に依存するが、粉砕時間又は粉砕回数と平均粒子径又は色のグラフを作成し、グラフが安定した状態となる条件を設定することが、ロットごとの色の安定性を確保するのに役立つ。

#### [0019]

本発明の化粧料には、上記の各成分以外に、通常化粧料に配合される各種の顔料、油剤、紫外線吸収剤、界面活性剤、粘剤、樹脂、香料、保湿剤、生理活性成分、防菌防腐剤、塩類、溶媒、酸化防止剤、キレート剤、中和剤、pH調整剤、昆虫忌避剤等の成分を使用することができる。

#### [0020]

顔料の例としては、通常の化粧料に使用されるものであれば、その形状(球状、棒状、針状、板状、不定形状、鱗片状、紡錘状等)や粒子径(煙霧状、微粒子、顔料級等)、粒子構造(多孔質、無孔質等)を問わず、いずれのものも使用することができ、例えば無機粉体、有機粉体、界面活性剤金属塩粉体、有色顔料、パール顔料、金属粉末顔料、天然色素等があげられる。着色顔料は上記の分散液を用いることが好ましいが、色合わせなどの目的に合わせて適宜使用することが可能である。

#### [0021]

本発明で用いる顔料の例としては、無機粉体としては、顔料級酸化チタン、酸化ジルコニウム、顔料級酸化亜鉛、酸化セリウム、酸化マグネシウム、硫酸バリウム、硫酸カルシウム、硫酸マグネシウム、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、タルク、マイカ、カオリン、セリサイト、白雲母、合成雲母、金雲母、紅雲母、黒雲母、リチア雲母、ケイ酸、無水ケイ酸、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸バリウ

ム、ケイ酸ストロンチウム、タングステン酸金属塩、ヒドロキシアパタイト、バ ーミキュライト、ハイジライト、ベントナイト、モンモリロナイト、ヘクトライ ト、ゼオライト、セラミックスパウダー、第二リン酸カルシウム、アルミナ、水 酸化アルミニウム、窒化ホウ素、窒化ボロン、シリカ、微粒子酸化チタン、微粒 子低次酸化チタン、微粒子酸化亜鉛、微粒子酸化セリウム、微粒子活性抑制型酸 化セリウム等;有機粉体としては、ポリアミドパウダー、ポリエステルパウダー 、ポリエチレンパウダー、ポリプロピレンパウダー、ポリスチレンパウダー、ポ リウレタンパウダー、ベンゾグアナミンパウダー、ポリメチルベンゾグアナミン パウダー、ポリテトラフルオロエチレンパウダー、ポリメチルメタクリレートパ ウダー、セルロース、シルクパウダー、ナイロンパウダー、12ナイロン、6ナ イロン、シリコーンエラストマー、ポリメチルシルセスキオキサン球状粉体、ポ リアルキルシルセスキオキサン粉体、スチレン・アクリル酸共重合体、ジビニル ベンゼン・スチレン共重合体、ビニル樹脂、尿素樹脂、フェノール樹脂、フッ素 樹脂、ケイ素樹脂、アクリル樹脂、メラミン樹脂、エポキシ樹脂、ポリカーボネ イト樹脂、微結晶繊維粉体、デンプン末、ラウロイルリジン等;界面活性剤金属 塩粉体(金属石鹸)としては、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸アルミニウム、 ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸マグネシウム、ミリスチン酸亜鉛、ミリ スチン酸マグネシウム、セチルリン酸亜鉛、セチルリン酸カルシウム、セチルリ ン酸亜鉛ナトリウム等;有色顔料としては、酸化鉄、水酸化鉄、チタン酸鉄の無 機赤色顔料、γー酸化鉄等の無機褐色系顔料、黄酸化鉄、黄土等の無機黄色系顔 料、黒酸化鉄、カーボンブラック等の無機黒色顔料、マンガンバイオレット、コ バルトバイオレット等の無機紫色顔料、水酸化クロム、酸化クロム、酸化コバル ト、チタン酸コバルト等の無機緑色顔料、紺青、群青等の無機青色系顔料、ター ル系色素をレーキ化したもの、天然色素をレーキ化したもの、及びこれらの粉体 を複合化した合成樹脂粉体等;パール顔料としては、酸化チタン被覆雲母、酸化 チタン被覆マイカ、オキシ塩化ビスマス、酸化チタン被覆オキシ塩化ビスマス、 酸化チタン被覆タルク、魚鱗箔、酸化チタン被覆着色雲母等;タール色素として は、赤色3号、赤色104号、赤色106号、赤色201号、赤色202号、赤 色204号、赤色205号、赤色220号、赤色226号、赤色227号、赤色 228号、赤色230号、赤色401号、赤色505号、黄色4号、黄色5号、 黄色202号、黄色203号、黄色204号、黄色401号、青色1号、青色2 号、青色201号、青色404号、緑色3号、緑色201号、緑色204号、緑 色205号、橙色201号、橙色203号、橙色204号、橙色206号、橙色 207号等;天然色素としては、カルミン酸、ラッカイン酸、カルサミン、ブラ ジリン、クロシン等から選ばれる顔料が挙げられる。

#### [0022]

これらの顔料は例えばフッ素化合物処理(パーフルオロアルキルリン酸エステル処理やパーフルオロアルキルシラン処理、パーフルオロポリエーテル処理、フルオロシリコーン処理、フッ素化シリコーン樹脂処理が好ましい)、シリコーン処理(メチルハイドロジェンポリシロキサン処理、ジメチルポリシロキサン処理、気相法テトラメチルテトラハイドロジェンシクロテトラシロキサン処理が好ましい)、シリコーン樹脂処理(トリメチルシロキシケイ酸処理が好ましい)、ペンダント処理(気相法シリコーン処理後にアルキル鎖などを付加する方法)、シランカップリング剤処理、チタンカップリング剤処理、シラン処理(アルキルシランやアルキルシラザン処理が好ましい)、油剤処理、Nーアシル化リジン処理、ポリアクリル酸処理、金属石鹸処理(ステアリン酸やミリスチン酸塩が好ましい)、アクリル樹脂処理、金属酸化物処理、寒天処理、デオキシリボ核酸処理などで表面処理されていることが好ましく、さらに好ましくは、これらの処理を複数組み合わせて用いることが好ましい。

#### [0023]

また、シリコーンエラストマーは、化粧料の持続性を向上させる他、感触の改善、シワなどの隠蔽などの効果を持つことから、配合が好ましい。シリコーンエラストマーとしては、シリコーンゲル、架橋型シリコーン末、架橋型ポリエーテル変性シリコーン、架橋型ポリグリセリル変性シリコーン等が挙げられる。

## [0024]

油剤の例としては、例えばアボガド油、アマニ油、アーモンド油、エノ油、オリーブ油、カポックロウ、カヤ油、肝油、キョウニン油、鯨ロウ、小麦胚芽油、ゴマ油、コメ胚芽油、サトウキビロウ、サザンカ油、サフラワー油、シナギリ油

、シナモン油、タートル油、大豆油、茶実油、ツバキ油、月見草油、トウモロコ シ油、ナタネ油、日本キリ油、胚芽油、パーシック油、ヒマシ油、ヒマシ油脂肪 酸メチルエステル、ヒマワリ油、ブドウ油、ホホバ油、マカデミアナッツ油、ミ ンク油、綿実油、落花生油、液状ラノリン、還元ラノリン、ラノリンアルコール 、酢酸ラノリン、ラノリン脂肪酸イソプロピル、ラウリン酸ヘキシル、POEラ ノリンアルコールエーテル、POEラノリンアルコールアセテート;炭化水素油 として、スクワラン、スクワレン、流動パラフィン、プリスタン等;高級脂肪酸 としては、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、アラキドン酸、イソステアリ ン酸;エステル油としては、アジピン酸ジイソブチル、アジピン酸2-ヘキシル ルキルグリコール、イソステアリン酸イソセチル、トリイソステアリン酸トリメ チロールプロパン、ジー2ーエチルヘキサン酸エチレングリコール、2ーエチル ヘキサン酸セチル、トリー2-エチルヘキサン酸トリメチロールプロパン、テト ラー2-エチルヘキサン酸ペンタエリスリトール、オクタン酸セチル、オレイン 酸オレイル、オレイン酸オクチルドデシル、オレイン酸デシル、ジカプリン酸ネ オペンチルグリコール、クエン酸トリエチル、コハク酸2-エチルヘキシル、酢 酸アミル、酢酸エチル、酢酸ブチル、セバシン酸ジイソプロピル、セバシン酸ジ -2-エチルヘキシル、乳酸ミリスチル、イソノナン酸イソノニル、パルミチン 酸イソプロピル、パルミチン酸2-エチルヘキシル、パルミチン酸2-ヘキシル デシル、パルミチン酸2-ヘプチルウンデシル、ジペンタエリスリトール脂肪酸 エステル、ミリスチン酸イソプロピル、ミリスチン酸オクチルドデシル、ジメチ ルオクタン酸ヘキシルデシル、ラウリン酸エチル、ラウリン酸ヘキシル、Nーラ ウロイルーレーグルタミン酸ー2ーオクチルドデシルエステル、リンゴ酸ジイソ ステアリル等が挙げられる。また、シリコーン油の例としては、例えばジメチル ポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、フッ素変性オルガノポリシロ キサン、アルキル変性オルガノポリシロキサン、アミノ変性オルガノポリシロキ サン、アモジメチコーン、フッ素変性ジメチコノール、シリコーンガム等が挙げ られる。

[0025]

本発明で用いる紫外線吸収剤の例としては、例えばパラメトキシケイ皮酸2-エチルヘキシル (別名;パラメトキシケイ皮酸オクチル)、2ーヒドロキシー4 ーメトキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシー4-メトキシベンゾフェノン-5 -硫酸、2, 2, -ジヒドロキシー4-メトキシベンゾフェノン、p-メトキシ ハイドロケイ皮酸ジエタノールアミン塩、パラアミノ安息香酸(以後、PABA と略す)、エチルジヒドロキシプロピルPABA、グリセリルPABA、サリチ ル酸ホモメンチル、メチルー〇-アミノベンゾエート、2-エチルヘキシルー2 ーシアノー3, 3ージフェニルアクリレート、オクチルジメチルPABA、サリ チル酸オクチル、2-フェニルーベンズイミダゾールー5-硫酸、サリチル酸ト リエタノールアミン、3-(4-メチルベンジリデン)カンフル、2,4-ジヒ ドロキシベンゾフェニン、2,2',4,4'ーテトラヒドロキシベンゾフェノ ン、2,2'ージヒドロキシー4,4'ージメトキシベンゾフェノン、2ーヒド ロキシー4-N-オクトキシベンゾフェノン、4-イソプロピル ジベンゾイル メタン、ブチルメトキシジベンゾイルメタン、オクチルトリアゾン、4ー(3, 4-ジメトキシフェニルメチレン)-2,5-ジオキソー1-イミダゾリジンプ ロピオン酸2-エチルヘキシル、これらの高分子誘導体、及びシラン誘導体等が 挙げられる。また、有機系紫外線防御剤がポリマー粉末中に封止されたものを用 いることも可能である。ポリマー粉末は中空であってもなくても良く、平均一次 粒子径としては  $0.1\sim50~\mu$  mの範囲にあれば良く、粒度分布はブロードであ ってもシャープであっても構わない。ポリマーの種類としてはアクリル樹脂、メ タクリル樹脂、スチレン樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリエチレン、ポリプロピレ ン、ポリエチレンテレフタレート、シリコーン樹脂、ナイロン、アクリルアミド 樹脂等が挙げられる。これらのポリマー粉末中に、粉末質量の0.1~30質量 %の範囲で有機系紫外線防御剤を取り込ませた粉末が好ましく、特にUVA吸収 剤である4-tertーブチルー4, ーメトキシジベンゾイルメタンを配合する ことが好ましい。上記の紫外線防御成分のうち、微粒子酸化チタン、微粒子酸化 亜鉛、パラメトキシケイ皮酸2-エチルヘキシル、ブチルメトキシジベンゾイル メタン、オキシベンゾン、ベンゾフェノン系紫外線吸収剤からなる群より選ばれ る少なくとも1種が、汎用されており、入手が容易で、かつ紫外線防御効果が高 いので、好ましい。特に、無機系と有機系を併用することが好ましい。また、UV-Aに対応したものとUV-Bに対応したものを組み合わせて用いることも好適である。

#### [0026]

本発明の化粧料では、粘剤として油性ゲル化剤、樹脂を配合することが好まし い。これらの成分は化粧料の持続性を向上させる他、感触の改善、シワなどの隠 蔽などの効果を持つ。油性ゲル化剤の例としては、シリコーン化プルラン、ポリ アミド変性シリコーン、オキサゾリン変性シリコーン、アクリル化シリコーン、 アルキル・アクリル共変性シリコーン、ウレタン変性シリコーン、アルキル変性 シリコーン等のシリコーン系化合物、アルミニウムステアレート、マグネシウム ステアレート、ジンクミリステート等の金属セッケン、NーラウロイルーLーグ ルタミン酸、  $\alpha$  ,  $\gamma$  -ジーn -ブチルアミン等のアミノ酸誘導体、デキストリン パルミチン酸エステル、デキストリンステアリン酸エステル、デキストリン2-エチルヘキサン酸パルミチン酸エステル等のデキストリン脂肪酸エステル、ショ 糖パルミチン酸エステル、ショ糖ステアリン酸エステル等のショ糖脂肪酸エステ ル、モノベンジリデンソルビトール、ジベンジリデンソルビトール等のソルビト ールのベンジリデン誘導体、ジメチルベンジルドデシルアンモニウムモンモリロ ナイトクレー、ジメチルジオクタデシルアンモニウムモンモリナイト、オクタデ シルジメチルベンジルアンモニウムモンモリナイト等の有機変性粘土鉱物、シリ カ、シラン処理シリカ、シリコーン処理シリカ等が挙げられる。樹脂の例として は、シリコーン樹脂、フッ素変性シリコーン樹脂がM4Qに溶解することから好 ましく用いられる。

#### [0027]

保湿剤の例としては、例えばエチレングリコール、プロピレングリコール、ブチレングリコール、ジエチレングリコール、ジプロピレングリコール、グリセリン、ジグリセリン、ソルビトール、マルビトール、トレハロース、ラフィノース、キシリトール、マンニトール、ヒアルロン酸及びその塩、トレハロース誘導体、ラフィノース誘導体、ポリエチレングリコール、ポリグリセリン等のグリコール類、多糖類等が挙げられる。

### [0028]

本発明で用いる生理活性成分としては、皮膚に塗布した場合に皮膚に何らかの 生理活性を与える物質が挙げられる。例えば、抗炎症剤、老化防止剤、ひきしめ 剤、発毛剤、育毛剤、保湿剤、血行促進剤、抗菌剤、殺菌剤、乾燥剤、冷感剤、 温感剤、ビタミン類、アミノ酸、創傷治癒促進剤、刺激緩和剤、鎮痛剤、細胞賦 活剤、酵素成分等が挙げられる。その中でも、天然系の植物抽出成分、海藻抽出 成分、生薬成分が特に好ましい。本発明では、これらの生理活性成分を1種又は 2種以上配合することが好ましい。例えば、アシタバエキス、アボガドエキス、 アマチャエキス、アルテアエキス、アルニカエキス、アロエエキス、アンズエキ ス、アンズ核エキス、イチョウエキス、ウコンエキス、ウーロン茶エキス、エイ ジツエキス、エチナシ葉エキス、オウゴンエキス、オウバクエキス、オオムギエ キス、オトギリソウエキス、オドリコソウエキス、オランダカラシエキス、オレ ンジエキス、海水乾燥物、加水分解エラスチン、加水分解コムギ末、加水分解シ ルク、カモミラエキス、カロットエキス、カワラヨモギエキス、カルカデエキス 、キウイエキス、キナエキス、キューカンバーエキス、グアノシン、クチナシエ キス、クマザサエキス、クララエキス、クルミエキス、グレープフルーツエキス 、クレマティスエキス、クロレラエキス、クワエキス、ゲンチアナエキス、紅茶 エキス、酵母エキス、ゴボウエキス、コメヌカ発酵エキス、コメ胚芽油、コンフ リーエキス、コラーゲン、コケモモエキス、サイシンエキス、サイコエキス、サ イタイ抽出液、サルビアエキス、サボンソウエキス、ササエキス、サンザシエキ ス、サンショウエキス、シイタケエキス、ジオウエキス、シコンエキス、シソエ キス、シナノキエキス、シモツケソウエキス、シャクヤクエキス、ショウブ根エ キス、シラカバエキス、スギナエキス、セイヨウキズタエキス、セイヨウサンザ シエキス、セイヨウニワトコエキス、セイヨウノコギリソウエキス、セイヨウハ ッカエキス、セージエキス、ゼニアオイエキス、センキュウエキス、センブリエ キス、ダイズエキス、タイソウエキス、タイムエキス、チガヤエキス、チンピエ キス、トウキエキス、トウキンセンカエキス、トウニンエキス、トウヒエキス、 ドクダミエキス、トマトエキス、納豆エキス、ニンジンエキス、ニンニクエキス 、ノバラエキス、バクモンドウエキス、ハスエキス、パセリエキス、蜂蜜、パリ エタリアエキス、ヒキオコシエキス、ビサボロール、フキタンポポエキス、フキノトウエキス、ブクリョウエキス、ブッチャーブルームエキス、ブドウエキス、プロポリス、ヘチマエキス、ベニバナエキス、ペパーミントエキス、ボダイジュエキス、ボタンエキス、ホップエキス、マツエキス、ミズバショウエキス、ムクロジエキス、モモエキス、ヤグルマギクエキス、ユーカリエキス、ユキノシタエキス、ユズエキス、ヨクイニンエキス、ヨモギエキス、ラベンダーエキス、レタスエキス、レモンエキス、レンゲソウエキス、ローズエキス、ローマカミツレエキス、ローヤルゼリーエキス等を挙げることができる。

#### [0029]

また、ムコ多糖類、ヒアルロン酸ナトリウム、コンドロイチン硫酸ナトリウム 、コラーゲン、エラスチン、キチン、キトサン、加水分解卵殻膜などの生体高分 子、グリシン、ヴァリン、ロイシン、イソロイシン、セリン、トレオニン、フェ ニルアラニン、アルギニン、リジン、アスパラギン酸、グルタミン酸、シスチン 、システイン、メチオニン、トリプトファン等のアミノ酸、エストラジオール、 エテニルエストラジオールなどのホルモン、アミノ酸、乳酸ナトリウム、尿素、 ピロリドンカルボン酸ナトリウム、ベタイン、ホエイなどの保湿成分、スフィン ゴ脂質、セラミド、コレステロール、コレステロール誘導体、リン脂質などの油 性成分、 $\epsilon$ -アミノカプロン酸、グリチルリチン酸、 $\beta$ -グリチルレチン酸、塩 化リゾチーム、グアイアズレン、ヒドロコルチゾン、アラントイン、トラネキサ ム酸、アズレン等の抗炎症剤、ビタミンA, B2, B6, C, D, K, ビタミン C配糖体、パントテン酸カルシウム、ビオチン、ニコチン酸アミド、アラントイ ン、ジイソプロピルアミンジクロロアセテート、4ーアミノメチルシクロヘキサ ンカルボン酸等の活性成分、  $\alpha$  ーヒドロキシ酸、  $\beta$  ーヒドロキシ酸などの細胞賦 活剤、γーオリザノールなどの血行促進剤、レチノール、レチノール誘導体等の 創傷治癒剤、セファランチン、カンゾウ抽出物、トウガラシチンキ、ヒノキチオ ール、ヨウ化ニンニクエキス、塩酸ピリドキシン、ニコチン酸、ニコチン酸誘導 体、パントテン酸カルシウム、D-パントテニルアルコール、アセチルパントテ ニルエチルエーテル、ビオチン、アラントイン、イソプロピルメチルフェノール 、エストラジオール、エチニルエステラジオール、塩化カプロニウム、塩化ベン

ザルコニウム、塩酸ジフェンヒドラミン、タカナール、カンフル、サリチル酸、 ノニル酸バニリルアミド、ノナン酸バニリルアミド、ピロクトンオラミン、ペン タデカン酸グリセリル、1ーメントール、カンフルなどの清涼剤、モノニトログ アヤコール、レゾルシン、γーアミノ酪酸、塩化ベンゼトニウム、塩酸メキシレ チン、オーキシン、女性ホルモン、カンタリスチンキ、シクロスポリン、ジンク ピリチオン、ヒドロコルチゾン、ハッカ油等が挙げられる。

#### [0030]

防菌防腐剤としては、パラオキシ安息香酸アルキルエステル、安息香酸、安息香酸ナトリウム、ソルビン酸、ソルビン酸カリウム、フェノキシエタノール等、抗菌剤としては、安息香酸、サリチル酸、石炭酸、ソルビン酸、パラオキシ安息香酸アルキルエステル、パラクロルメタクレゾール、ヘキサクロロフェン、塩化ベンザルコニウム、塩化クロルヘキシジン、トリクロロカルバニリド、トリクロサン、感光素、フェノキシエタノール等がある。

#### [0031]

本発明の化粧料の具体的な用途としては特に限定は無いがメイクアップ製品、 特に口紅、アイライナー、マスカラ、アイブロウ、アイシャドウ、ネイルカラー 、ファンデーション、コンシーラー、チーク、染毛剤などが挙げられる。

[0032]

### 【実施例】

以下、実施例及び比較例によって本発明を更に詳細に説明する。

[0033]

実施例及び比較例の各組成物の各種特性に対する評価方法を以下に示す。

[0034]

### [官能特性評価]

専門パネラーを各評価品目ごとに20名ずつ用意し(但し、品目によりパネラーが重複する場合もある)、各評価項目において優れていると判断したパネラーの数から、下記に示す分類によって評価を行った。

[0035]

20人中「良い」と答えた人数	評 価
15人以上	
10~14人	0
5~9人	Δ
0~4人	×

#### [0036]

#### 実施例1

以下の処方と製造方法に従って口紅を製造した。着色顔料としては、 $N \in -9$  ウロイルーLーリジン 8 質量%処理顔料を使用し、雲母チタンについては同10 %処理顔料を用いた。また、酸化チタンについてはオクチルシラン 8 質量%処理したものを用いた。尚、処方中の単位は質量%である。

#### [0037]

## 着色顔料分散液の製造

表面処理赤色201号30質量部に対して、70質量部のM4Qを混合した。 次いでサンドミルを用いて2パスさせ、分散液Aを作成した。

また、表面処理赤色202号30質量部に対して、70質量部のM4Qを混合した。次いでサンドミルを用いて2パスさせ、分散液Bを作成した。

#### [0038]

#### 処方

#### (成分A)

(1) 分散液A	3
(2)分散液B	8
(3) M4Q	3 0
(成分B)	
(4) セレシン	18
(5) ヒマシ油	残 量
(6) ポリブテン	8

(7) アルキル変性シリコーン

(成分C)

(8) 処理酸化チタン

1

1

(成分D)

(9) 処理雲母チタン

1 4

[0039]

#### 製造方法

成分Bを混合溶解した後、成分Aを混合し、ここに成分Cを分散、混練し、最後に成分Dを加え均一に分散する。これを脱気した後、金型に流し込み、冷却固化させ製品を得た。

[0040]

#### 比較例1

実施例1で用いたM4Qの代わりに環状5量体シリコーン(デカメチルシクロペンタシロキサン)を用いた他は全て実施例1と同様にして製品を得た。

. [0041]

#### 比較例 2

実施例1で用いた分散液A及び分散液Bについてサンドミルでの粉砕を行わず、攪拌のみ行った溶液を用い、製造方法を下記に変更した以外は全て実施例1と同様にして製品を得た。

### 製造方法

成分Bを混合溶解した後、成分Cと混合し分散、混練した後、成分A、成分Dを加え分散する。これを脱気した後、金型に流し込み、冷却固化させ製品を得た

[0042]

表1に本発明の実施例及び比較例の官能特性評価結果を示す。

[0043]

表1(官能特性)

色が 透明感が 塗布感が 色落ち

	鮮やか	ある	なめらか	しにくい
実施例 1	0		0	0
比較例 1	$\triangle$	Δ	0	0
比較例 2	×	×	×	×

### [0044]

表1の実施例及び比較例との比較から、本発明の実施例は色が鮮やかで透明感があり、塗布感がなめらかで色落ちがしにくいことが判った。これに対して比較例1は従来分散剤として使用されてきた環状シリコーンを用いた例であるが、同じ製造条件でも分散の程度が低く、製品の色調に違いがでていることがわかる。また、比較例2は分散を実施しなかった場合の例であるが、口紅として使用できる以前の品質であった。

# [0045]

## 【発明の効果】

以上のことから、本発明は、彩度が高く、鮮やかな色味を有することを特徴と する化粧料が得られることは明らかである。

# 【書類名】要約書

#### 【要約】

【課題】彩度が高く、鮮やかな色味を有することを特徴とする化粧料。

【解決手段】下記化学式(1)で示される揮発性シリコーンを含む溶媒中で着色 顔料を分散させた、複数の分散液からなる群より選ばれる1種又は2種以上を配 合することを特徴とする化粧料。

[(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>Si0]<sub>4</sub>Si

(1)

【選択図】なし

ページ: 1/E

# 認定・付加情報

特許出願の番号

特願2003-123266

受付番号

5 0 3 0 0 7 0 8 9 2 1

書類名

特許願

担当官

植田 晴穂

6 9 9 2

作成日

平成15年 6月10日

<認定情報・付加情報>

【提出日】

平成15年 4月28日

【特許出願人】

申請人

【識別番号】

000000952

【住所又は居所】

東京都墨田区墨田五丁目17番4号

【氏名又は名称】

カネボウ株式会社

【特許出願人】

【識別番号】

000002060

【住所又は居所】

東京都千代田区大手町二丁目6番1号

【氏名又は名称】

信越化学工業株式会社



特願2003-123266

出願人履歴情報

識別番号

[000000952]

1. 変更年月日 [変更理由] 住 所

氏 名

2001年 1月 4日

名称変更

東京都墨田区墨田五丁目17番4号

カネボウ株式会社



出願人履歴情報

識別番号

[000002060]

1. 変更年月日

1990年 8月22日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都千代田区大手町二丁目6番1号

氏 名

信越化学工業株式会社

# This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

# **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

□ BLACK BORDERS
☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
FADED TEXT OR DRAWING
☐ BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
SKEWED/SLANTED IMAGES
☐ COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
OTHER:

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.
As rescanning documents will not correct images problems checked, please do not report the problems to the IFW Image Problem Mailbox